

## D10P-06

低浓度 Na<sup>+</sup>的测量

### 介绍

本方法适用于电厂锅炉水、蒸汽中的低钠测量。采用分开的半电池式 8411BN 钠离子工作电极和 Ross 参比电极 800500U，实现了低钠的精确测量。

### 所需设备和溶液

### 型号 P/N

D10P-06 套装标配：

1. Dual Star 双通道 pH/ISE 台式表	1115000
2. 半电池钠离子电极	8411BN
3. Ross 参比电极	800500U
4. 温度补偿电极	927007MD
5. 电极支架	090043
6. 参比电极填充液	900012
7. 钠离子电极储存液	841101
8. 钠离子电极活化液	841113

### 推荐自备设备和溶液

1. 搅拌电极 (P/N: 01X478101) 或磁力搅拌
2. 优质塑料烧杯 (150mL)
3. 塑料量筒 (100mL)
4. 移液枪和塑料枪头 (0.5-5mL)
5. 优质塑料容量瓶 (500mL)
6. pN4 钠离子标准液(2300ppb)
7. pN5 钠离子标准液(230ppb)
8. pN6 钠离子标准液(23ppb)
9. 分析纯二乙丙胺
10. 钠离子电极冲洗液 (向 100mL 塑料容量瓶中加入 1mL 离子强度调节剂，用去离子水稀释到刻度线，摇匀。)

## 11. 无钠的蒸馏水

# 校正标准液的准备

1. 制备 pN4 钠离子标准液：精确称取 5.85mg 分析纯 NaCl 溶液，加入去离子水溶解后转移至 500mL 容量瓶，再用去离子水稀释至刻度线，摇匀。
2. 制备 pN5 钠离子标准液：向 500mL 容量瓶中加入 50mL pN4 钠离子标准液，用去离子水稀释至刻度线，摇匀。
3. 制备 pN6 钠离子标准液：向 500mL 容量瓶中加入 50mL pN5 钠离子标准液，用去离子水稀释至刻度线，摇匀。

# 电极的储存

半电池钠离子电极8411BN：将电极浸泡在稀释的电极储存液中（将电极储存液841101 与蒸馏水按1:100 的比例稀释），并浸没电极头和液接界。每周更换电极储存液，或当储存液出现结晶或者被污染时及时进行更换。

Ross 参比电极800500U：干放。

# 测量注意事项

1. 使用优质塑料或特福龙质地的实验容器。
2. 每次使用新鲜的标准液。
3. 各个标准液和样品分别使用不同的烧杯进行测量。
4. 所有容器先用无钠的蒸馏水冲洗 3 遍，再用溶液冲洗 3 遍。
5. 电极从一个测量溶液转移到另一个溶液时，先用冲洗液充分清洗，再用下一个溶液冲洗。
6. 每 100mL 样品溶液或标准溶液中添加 8-10 滴二乙丙胺。
7. 为避免氢离子的干扰，请保证  $\text{pH} > 10$ 。
8. 使用直接测量法时，应先测量低浓度溶液，再测量高浓度溶液。
9. 如对测量精度要求较高，推荐使用已知加量法，具体请参照钠电极说明书。
10. 确保蒸馏水中不含钠离子：向 100mL 蒸馏水中加入 8-10 滴二乙丙胺，将电极浸入，5 分钟后记录所测得的毫伏值。使用校正曲线由相应的毫伏值对照得出水中的钠离子浓度。
11. 给予足够的时间（5-10 分钟）以获得稳定的读数。
12. 尽量减少样品与空气的接触。
13. 为避免皮肤对样品的污染，请戴手套进行操作。

# 设备的准备

## 电极的准备

### 钠离子电极 8411BN

1. 轻轻拔下电极保护套，收好以备使用。
1. 用自制的钠电极冲洗液冲洗电极外表所附着的结晶盐，切勿使用蒸馏水或去离子水冲洗钠电极。

3. 将电极浸泡在稀释的钠电极储存液 841101 中（即 1 份 841101 储存液:100 份去离子水），至少 2 小时。

#### 参比电极 800500U

1. 打开电极填液孔的塞子，用低钠电极填充液 900012 填充电极。填充液的液面必须没过螺旋玻璃管的末端，并且至少超过样品液面 1 英寸（2.5cm）。填充孔在电极使用的时候要打开。

### Dual Star 仪表的准备

1. 将工作电极、参比电极和搅拌器分别连接到仪表的通道 1。
2. 按仪表上的电源键  开机。
3. 在测量状态按设置键 **setup** 键进入设置菜单。
4. 按 **▲ / ▼** 键选择通道 1 (channel 1)，并按 **f2(select)** 键确认。
5. 按 **▲ / ▼** 键选择测量模式 (Measure Mode)，并按 **f2(select)** 键确认。
6. 按 **▲ / ▼** 键选择 ISE，并按 **f2(select)** 键确认。
7. 按 **▲ / ▼** 键选择测量单位为 mg/L，并按 **f2(select)** 键确认，回到设置菜单。
8. 按 **▲ / ▼** 键选择 Electrode ID，并按 **f2(select)** 键确认。
9. 按 **▲ / ▼** 键选择电极类型为钠离子( $\text{Na}^+$ )，并按 **f2(select)** 键确认，回到设置菜单。
10. 按 **▲ / ▼** 键选择 Resolution，并按 **f2(select)** 键确认。
11. 按 **▲ / ▼** 键选择分辨率为 3 位小数 (3 Significant Figures)，并按 **f2(select)** 键确认，回到设置菜单。
12. 按 **▲ / ▼** 键选择 Calibration Setup，并按 **f2(select)** 键确认。
13. 按 **▲ / ▼** 键选择 Autoblank，并按 **f2(select)** 键确认。
14. 按 **▲ / ▼** 键选择 ON，并按 **f2(select)** 键确认。
15. 按 **▲ / ▼** 键选择 Low Level Stability，并按 **f2(select)** 键确认。
16. 按 **▲ / ▼** 键选择 ON，并按 **f2(select)** 键确认。
17. 按 **f1 (back)** 回到设置菜单。
18. 按 **▲ / ▼** 键选择 Read Type，并按 **f2(select)** 键确认。
19. 按 **▲ / ▼** 键选择 Continuous，并按 **f2(select)** 键确认，回到设置菜单。
20. 按 **measure** 键返回测量状态。

### 校正和测量

1. 确保所有样品和标准液达到相同温度，因为离子浓度的测量对温度很敏感。
2. 分别用 pN6、pN5 和 pN4 的钠标准液进行校正，匀速、柔和的搅拌标准液。
3. 将电极和搅拌器冲洗干净后浸入装有 pNa6 钠标准液的烧杯中，电极头完全浸没在溶液中。
4. 在测量模式下按搅拌键 **stirrer** 启动搅拌，再按 **f2(cal)** 键进入校正模式。
5. 按 **▲ / ▼** 键选择需要校正的通道，并按 **f2(accept)** 键确认。
6. 按 **f2(accept)** 键开始校正。
7. 等待离子浓度值停止闪烁，使用 **f3(clear)** 键、数字键和 **decimal** 键输入正确的离子浓度值，并按 **f2(accept)** 键确认。

8. 按搅拌键**stirrer**关闭搅拌。用钠离子电极冲洗液彻底清洗电极和搅拌器，用纸巾轻轻吸干电极外部残留的溶液。请勿摩擦电极敏感玻璃泡。
9. 将电极和搅拌器浸入装有 pNa5 钠标准液的烧杯中，电极头完全浸没在溶液中。
10. 按 **f2(next)** 键进入第2点校正。按 **f3(start)** 键开始校正。
11. 等待离子浓度值停止闪烁，使用 **f3(clear)** 键、数字键和 **decimal** 键输入正确的离子浓度值，并按 **f2(accept)** 键确认。
12. 按搅拌键**stirrer**关闭搅拌。用钠离子电极冲洗液彻底清洗电极和搅拌器，用纸巾轻轻吸干电极外部残留的溶液。请勿摩擦电极敏感玻璃泡。
13. 将电极和搅拌器浸入装有 pNa4 钠标准液的烧杯中，电极头完全浸没在溶液中。
14. 按 **f2(next)** 键进入第3点校正。按 **f3(start)** 键开始校正。
15. 等待离子浓度值停止闪烁，使用 **f3(clear)** 键、数字键和 **decimal** 键输入正确的离子浓度值，并按 **f2(accept)** 键确认。
16. 按 **f3(cal done)** 键退出校正，仪表将显示校正情况。
17. 按 **f2(log/print)** 键储存或打印数据。仪表自动返回测量模式。
18. 按搅拌键**stirrer**关闭搅拌。
19. 用钠离子电极冲洗液彻底清洗电极和搅拌器，用纸巾轻轻吸干电极外部残留的溶液。请勿摩擦电极敏感玻璃泡。然后再用待测样品溶液冲洗电极。
20. 将电极和搅拌器放入装有样品溶液的塑料烧杯中，电极头完全浸没在溶液中。按测量键 **measure** 开始测量，再按搅拌键**stirrer**启动搅拌。等待5 分钟后记录读数，再按搅拌键关闭搅拌。
21. 如需测量其他样品请重复步骤19, 20。完成所有样品的测量后，用钠离子电极冲洗液清洗电极，并参照电极的储存中的描述储存电极。